

INPI
INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SP04/6702

REC'D 29 JUL 2004
WIPO PCT

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 09 JUIN 2004

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

Mt. Leuc.

Martine PLANCHE

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

BEST AVAILABLE COPY

**INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIETE
INDUSTRIELLE**

SIEGE
26 bis, rue de Saint-Petersbourg
75800 PARIS cedex 08
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23
www.inpi.fr



26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

08 540 W / 260399

REMISE DES PIÈCES DATE 08 JUIN 2003 LIEU 75 INPI PARIS N° D'ENREGISTREMENT 0308323 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE 08 JUIN 2003 PAR L'INPI		1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE L'OREAL Emmanuelle RENARD - D.I.P.I 25-29 Quai Aulagnier 92600 ASNIERES France	
Vos références pour ce dossier (facultatif) OA03255/ER			
Confirmation d'un dépôt par télécopie <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie			
2 NATURE DE LA DEMANDE		Cochez l'une des 4 cases suivantes	
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	
Demande de brevet initiale		N° _____ Date ____/____/____	
ou demande de certificat d'utilité initiale		N° _____ Date ____/____/____	
Transformation d'une demande de brevet européen		<input type="checkbox"/> N° _____ Date ____/____/____	
3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) Composition de parfum.			
4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE		Pays ou organisation _____ N° _____ Date ____/____/____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date ____/____/____ Pays ou organisation _____ N° _____ <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
5 DEMANDEUR		<input type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
Nom ou dénomination sociale		L'ORÉAL	
Prénoms			
Forme juridique		SA	
N° SIREN		
Code APE-NAF		
Adresse	Rue	14, rue Royale	
	Code postal et ville	75008 PARIS	
Pays		France	
Nationalité		Française	
N° de téléphone (facultatif)		01.47.56.71.73	
N° de télécopie (facultatif)		01.47.56.73.88	
Adresse électronique (facultatif)			



BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

REMISE DES PIÈCES DATE 08 JUIL 2003 LIEU 75 INPI PARIS N° D'ENREGISTREMENT 0308323 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		Réservé à l'INPI	
Vos références pour ce dossier : <i>(facultatif)</i>		OA03255/ER	
6 MANDATAIRE			
Nom		RENARD	
Prénom		Emmanuelle	
Cabinet ou Société		L'ORÉAL	
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel			
Adresse	Rue	25-29 Quai Aulagnier	
	Code postal et ville	92600 ASNIERES Cedex	
N° de téléphone <i>(facultatif)</i>		01.47.56.71.73	
N° de télécopie <i>(facultatif)</i>		01.47.56.73.88	
Adresse électronique <i>(facultatif)</i>			
7 INVENTEUR (S)			
Les inventeurs sont les demandeurs		<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée	
8 RAPPORT DE RECHERCHE		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)	
Établissement immédiat ou établissement différé		<input checked="" type="checkbox"/> Établissement immédiat <input type="checkbox"/> Établissement différé	
Paiement échelonné de la redevance		Paiement en trois versements, uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non	
9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES		Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention <i>(joindre un avis de non-imposition)</i> <input type="checkbox"/> Requête antérieurement à ce dépôt <i>(joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence) :</i>	
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes			
10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) Emmanuelle RENARD 08 Juillet 2003		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI L. MARIELLO	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

La présente invention se rapporte à de nouvelles compositions de parfum comprenant un mélange de matières odoriférantes dans un support physiologiquement acceptable comprenant un mélange de polydiméthylsiloxanes, caractérisée en ce que ledit mélange de polydiméthylsiloxanes est constitué d'hexaméthylidisiloxane et
5 d'octaméthyltrisiloxane.

Les compositions de parfum comprennent habituellement un mélange de matières odoriférantes ayant une tension de vapeur inférieure à la pression atmosphérique à 25°C et qui sont généralement liquides à 25°C, mais parfois également solides, dans
10 un milieu physiologiquement acceptable à base d'éthanol et éventuellement d'eau.

L'éthanol constitue un bon solubilisant des ingrédients parfumants, et présente en outre l'avantage d'être peu coûteux et de permettre la formulation de compositions transparentes. En revanche, il a l'inconvénient d'altérer les caractéristiques olfactives
15 des ingrédients parfumants, en raison non seulement de son odeur puissante mais aussi de sa capacité à réagir, en présence d'eau, avec les ingrédients parfumants et à modifier ainsi leur odeur et/ou leur couleur. Il est en outre susceptible de réagir chimiquement avec les oxydes d'azote de l'atmosphère pour former de l'ozone, et constitue à ce titre une source de pollution atmosphérique que l'on cherche à éviter.
20 Enfin, l'éthanol est irritant et peut être une source de picotements lorsqu'il est appliqué sur une peau sensible ou lésée, notamment après le rasage.

Plusieurs tentatives ont donc été faites pour substituer l'éthanol dans les compositions de parfum par d'autres solvants ne présentant pas les inconvénients ci-dessus.
25

Une première voie a consisté à remplacer l'éthanol par des compositions aqueuses contenant des solubilisants hydrophiles tels que les huiles de ricin hydrogénées polyéthoxylées. Les compositions obtenues renferment des pourcentages importants de ces solubilisants qui peuvent être irritants, moussants et d'effet collant sur la peau.
30 Une autre voie a consisté à formuler des compositions de parfum sous forme de micro- et nano-émulsions. La phase huileuse de ces émulsions, contenant les ingrédients parfumants, est toutefois limitée en quantité pour ne pas déstabiliser l'émulsion, ce qui réduit l'effet parfumant de ces compositions. Par ailleurs, la présence d'eau en grande quantité est susceptible d'entraîner une dégradation des

ingrédients parfumants au cours du temps et donc d'altérer les caractéristiques olfactives du produit.

Une autre solution encore a consisté à proposer des compositions de parfum dans
5 lesquelles l'éthanol est au moins partiellement substitué par une ou plusieurs silicones
volatiles, linéaires —du type polydiméthylsiloxanes- ou cycliques. Il en est ainsi dans le
document WO 99/01106 qui divulgue des compositions de parfum destinées à
imprégner des textiles ou des non-tissés. Le document US-6,432,912 divulgue
également une composition de parfum renfermant ces silicones volatiles,
10 éventuellement utilisées en mélange pour ajuster la vitesse d'évaporation du support,
et qui sont associées à des co-solvants tels que des esters éventuellement combinés
à des diesters.

Or, la Demanderesse a maintenant découvert, de façon surprenante, qu'en choisissant
15 une combinaison particulière de composés siliconés, non décrite dans l'art antérieur, il
était possible d'obtenir une composition de parfum dont la vitesse d'évaporation est
proche de celle de l'éthanol et possédant un point éclair supérieur ou égal à 0°C, de
préférence supérieur ou égal à 10°C.

20 La présente invention a donc pour objet une composition de parfum comprenant un
mélange de matières odoriférantes dans un support physiologiquement acceptable
comprenant un mélange de polydiméthylsiloxanes, caractérisée en ce que ledit
mélange de polydiméthylsiloxanes est constitué d'hexaméthylidisiloxane et
d'octaméthyltrisiloxane.

25 Avantageusement, le rapport en poids de l'hexaméthylidisiloxane à
l'octaméthyltrisiloxane est compris entre 30:70 et 70:30. Plus préférentiellement, le
mélange de polydiméthylsiloxanes renferme 30% en poids d'hexaméthylidisiloxane et
70% en poids d'octaméthyltrisiloxane.

30 Les polydiméthylsiloxanes selon l'invention sont notamment disponibles auprès de la
société DOW CORNING sous la dénomination commerciale Dow Corning Fluid 200
0,65 cst et 1 cst, auprès de la société RHODIA sous la dénomination commerciale
Silbione Huile 70041 0,65 D, auprès de la société WACKER sous la dénomination

commerciale Belsil DM 0,65 et auprès de la société GE BAYER SILICONES sous la dénomination commerciale hexamethyldisiloxan.

Les matières odoriférantes contenues dans la composition de parfum selon l'invention
 5 sont des composés usuellement utilisés par les parfumeurs et ils sont notamment décrits dans S. Arctander, Perfume and Flavor Chemicals (Montclair, N.J., 1969), dans S. Arctander, Perfume and Flavor Materials of Natural Origin (Elizabeth, N.J., 1960) et dans "Flavor and Fragrance Materials - 1991", Allured Publishing Co. Wheaton, Ill. USA.

10

Il peut s'agir de produits naturels (huiles essentielles, absolus, résinoïdes, résines, concrètes) et/ou synthétiques (hydrocarbures, alcools, aldéhydes, cétones, éthers, acides, esters, acétals, cétals, nitriles, saturés ou insaturés, aliphatiques ou cycliques).

15 Des exemples d'huiles essentielles comprennent les huiles essentielles de citron, d'orange, d'anis, de bergamote, de rose, de géranium, de gingembre, de néroli, de basilic, de romarin, de cardamome, de camphre, de cèdre, de camomille, de santal, de sauge, et leurs mélanges, sans que cette liste soit limitative.

20 Des exemples d'autres composés odoriférants sont notamment : le géraniol, l'acétate de géranyle, le farnésol, le bornéol, l'acétate de bornyle, le linalol, l'acétate de linalyle, le propionate de linalyle, le butyrate de linalyle, le tétrahydrolinalol, le citronello, l'acétate de citronellyle, le formate de citronellyle, le propionate de citronellyle, le dihydromyrcenol, l'acétate de dihydromyrcenyle, le tétrahydromyrcenol, le terpinéol,
 25 l'acétate de terpinyle, le nopol, l'acétate de nopyle, le nérol, l'acétate de neryle, le 2-phényléthanol, l'acétate de 2-phényléthyle, l'alcool benzylique, l'acétate de benzyle, le salicylate de benzyle, l'acétate de styrallyle, le benzoate de benzyle, le salicylate d'amyle, le diméthylbenzyl-carbinol, l'acétate de trichlorométhylphénylcarbinyle, l'acétate de p-tert-butylcyclohexyle, l'acétate d'isononyle, l'acétate de vétivéryle, le
 30 vétivérol, l'alpha -hexylcinnamaldéhyde, le 2-méthyl-3-(p-tert-butylphényl)propanal, le 2-méthyl-3-(p-isopropylphényl)propanal, le 3-(p-tert-butylphényl)-propanal, le 2,4-diméthylcyclohex-3-enyl-carboxaldéhyde, l'acétate de tricyclodécényle, le propionate de tricyclodécényle, le 4-(4-hydroxy-4-méthylpentyl)-3-cyclohexèncarboxaldéhyde, le 4-(4-méthyl-3-pentényl)-3-cyclohexèncarboxaldéhyde, le 4-acétoxy-3-pentyl-
 35 tétrahydropyrane, le 3-carboxyméthyl-2-pentylcyclopentane, la 2-n-

heptylcyclopentanone, la 3-méthyl-2-pentyl-2-cyclopentènone, la menthone, la carvone, la tagétone, la géranyl acétone, le n-décanal, le n-dodécanal, le 9-décèno-1, l'isobutyrate de phénoxyéthyle, le phényl-acétaldéhyde diméthyl-acétal, le phénylacétaldéhyde diéthylacétal, le géranonitrile, le citronellonitrile, l'acétate de
 5 cédryle, le 3-isocamphylcyclohexanol, le cédryl méthyl éther, l'isolongifolanone, l'aubépinonitrile, l'aubépine, l'héliotropine, la coumarine, l'eugénol, la vanilline, l'oxyde de diphényle, le citral, le citronellal, l'hydroxycitronellal, la damascone, les ionones, les méthylionones, les isométhylionones, la solanone, les irones, le cis-3-hexèno-1 et ses esters, les muscs-indane, les muscs-tétraline, les muscs-isochromane, les cétones
 10 macrocycliques, les muscs-macrolactones, le brassylate d'éthylène et leurs mélanges.

La composition selon la présente invention renferme habituellement de 2 à 60% en poids, et de préférence de 5 à 40% en poids, de matières odoriférantes. Elle renferme en outre une quantité suffisante de polydiméthylsiloxanes pour solubiliser les matières
 15 odoriférantes et de préférence de 20 à 99% en poids de polydiméthylsiloxanes, par rapport au poids total de la composition.

La composition de parfum selon l'invention comprend aussi en général des solvants, adjuvants ou additifs couramment utilisés dans le domaine de la parfumerie qui ne
 20 nuisent pas à l'effet olfactif recherché.

Cette composition de parfum peut constituer une eau de Cologne, une eau de toilette, un parfum ou une lotion après-rasage.

25 En fonction de son point éclair, elle peut être conditionnée dans un atomiseur ou éventuellement dans un dispositif aérosol. Dans ce dernier cas, la composition selon l'invention contient en outre un gaz propulseur tel que le diméthyléther, le propane, le n-butane, l'isobutane, le pentane, le trichlorofluorométhane, le dichlorodifluorométhane, le chlorodifluorométhane, le 1,1,1,2-tétrafluoroéthane, le
 30 chloropentafluoroéthane, le 1-chloro-1,1-difluoroéthane, le 1,1-difluoroéthane, et leurs mélanges. On utilise de préférence le diméthyl éther, l'isobutane et le 1,1,1,2-tétrafluoroéthane, et préférentiellement l'isobutane.

L'invention sera maintenant illustrée par les exemples non limitatifs suivants. Dans ces
 35 exemples, les quantités sont indiquées en pourcentage pondéral.

EXEMPLES

5 Exemple 1 : Etude comparative des propriétés de différents mélanges de silicones

On a testé différents mélanges de silicones pour évaluer, d'une part, leur vitesse d'évaporation et, d'autre part, le point éclair d'une composition comprenant ces mélanges en association avec un parfum.

10

a) Protocoles

Point éclair

- 15 La composition testée est chauffée dans une coupe fermée de dimensions normalisées à une température d'environ 3°C inférieure au point éclair supposé, pendant 60 secondes. Puis une flamme de dimension normalisée est présentée dans les vapeurs de la coupe par une ouverture coulissante. L'essai est répété de 1°C en 1°C. La plus basse température à laquelle se produit l'inflammation est notée comme
- 20 étant le point éclair.

L'essai est réalisé sur un appareil SETAFLASH selon la norme ISO 3679.

Vitesse d'évaporation

25

On introduit 15 g de solvant à tester dans un cristalliseur (diamètre : 7 cm) placé sur une balance se trouvant dans une enceinte d'environ 0,3 m³ réglée en température (25°C) et en hygrométrie (humidité relative : 50%).

- 30 On laisse le solvant s'évaporer librement, sans l'agiter, en assurant une ventilation par un ventilateur (PAPST-MOTOREN, référence 8550 N, tournant à 2.700 tours/mn) disposé en position verticale au-dessus du cristalliseur contenant le solvant, les pales étant dirigées vers le cristalliseur et à une distance de 20 cm par rapport au fond de celui-ci.

35

On mesure à intervalles réguliers, pendant les trente premières minutes d'évaporation, la masse de solvant restant dans le cristalliseur. La vitesse d'évaporation est exprimée en mg de solvant évaporé par unité de surface (cm^2) et par unité de temps (minute).

5 b) Résultats

Le tableau ci-dessous rassemble les résultats obtenus pour différentes associations de silicones volatiles, dans des rapports pondéraux variables.

10 Dans ce tableau :

L2 désigne l'hexaméthylsiloxane

L3 désigne l'octaméthyltrisiloxane

L4 désigne la décaméthyltétrasiloxane

L5 désigne la dodécaméthylpentasiloxane

15

Mélange de silicones		Vitesse d'évaporation ($\text{mg}/\text{cm}^2/\text{mn}$)	Point éclair* ($^{\circ}\text{C}$)
30/70	L2/L3	4,23	+ 11
	L2/L4	3,25	--
	L2/L5	3,39	--
40/60	L2/L3	5,39	--
55/45	L2/L3	6,98	+ 2
60/40	L2/L3	--	+ 2
70/30	L2/L3	8,97	0
	L2/L5	7,77	-1

* Compositions comprenant de 12 à 17,7% en poids d'extrait de parfum dans le mélange de silicones.

20 A titre de comparaison, la vitesse d'évaporation de l'éthanol, mesurée dans les mêmes conditions, est de $5,13 \text{ mg}/\text{cm}^2/\text{mn}$. Le point éclair d'une composition comprenant 12% en poids d'extrait de parfum dans l'éthanol est de 16°C . Celui d'une composition comprenant 12% en poids d'extrait de parfum dans l'hexaméthylsiloxane est de -5°C .

- Comme il ressort de ce tableau, les mélanges de silicones constitués de la silicone L2 associée à une autre silicone choisie parmi les silicones L4 et L5, dans des rapports en poids variant de 70:30 à 30:70, ne permettent pas toujours d'obtenir des compositions ayant à la fois un point éclair supérieur à 0°C et une volatilité au moins égale à 4 mg/cm²/mn, contrairement au mélange de silicones selon l'invention.

Exemple 2 : Compositions de parfum

- 10 Les compositions ci-dessous ont été préparées de manière classique pour l'homme du métier.

Composition A

15	Extrait de parfum "Noa"	12 %
	Hexaméthylsiloxane	48,4 %
	Octaméthyltrisiloxane	39,6 %

Composition B

20	Extrait de parfum "Emporio White"	17,7 %
	Hexaméthylsiloxane	24,7 %
	Octaméthyltrisiloxane	57,6%

25

REVENDICATIONS

1. Composition de parfum comprenant un mélange de matières odoriférantes dans un support physiologiquement acceptable comprenant un mélange de polydiméthylsiloxanes, caractérisée en ce que ledit mélange de polydiméthylsiloxanes est constitué d'hexaméthylidisiloxane et d'octaméthyltrisiloxane.
2. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que le rapport en poids de l'hexaméthylidisiloxane à l'octaméthyltrisiloxane est compris entre 30:70 et 70:30.
3. Composition selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que ledit mélange de polydiméthylsiloxanes renferme 30% en poids d'hexaméthylidisiloxane et 70% en poids d'octaméthyltrisiloxane.
4. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce qu'elle renferme de 5 à 40% en poids de matières odoriférantes.
5. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée en ce qu'elle renferme de 20 à 99% en poids de mélange de polydiméthylsiloxanes.
6. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle est conditionnée dans un dispositif aérosol.

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08


Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1. / 1..

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 260899

Vos références pour ce dossier (facultatif)		OA03255/BN/ER	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL			
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) Composition de parfum.			
LE(S) DEMANDEUR(S) : L'ORÉAL 14, rue Royale 75008 PARIS France			
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom		BARA	
Prénoms		Isabelle	
Adresse	Rue	58, bis rue St Hilaire	
	Code postal et ville	94210	LA VARENNE ST HILAIRE
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) 18 Juillet 2003 Emmanuelle RENARD			

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.